

Air dan air limbah – Bagian 46: Cara uji timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – tungku karbon



© BSN 2009

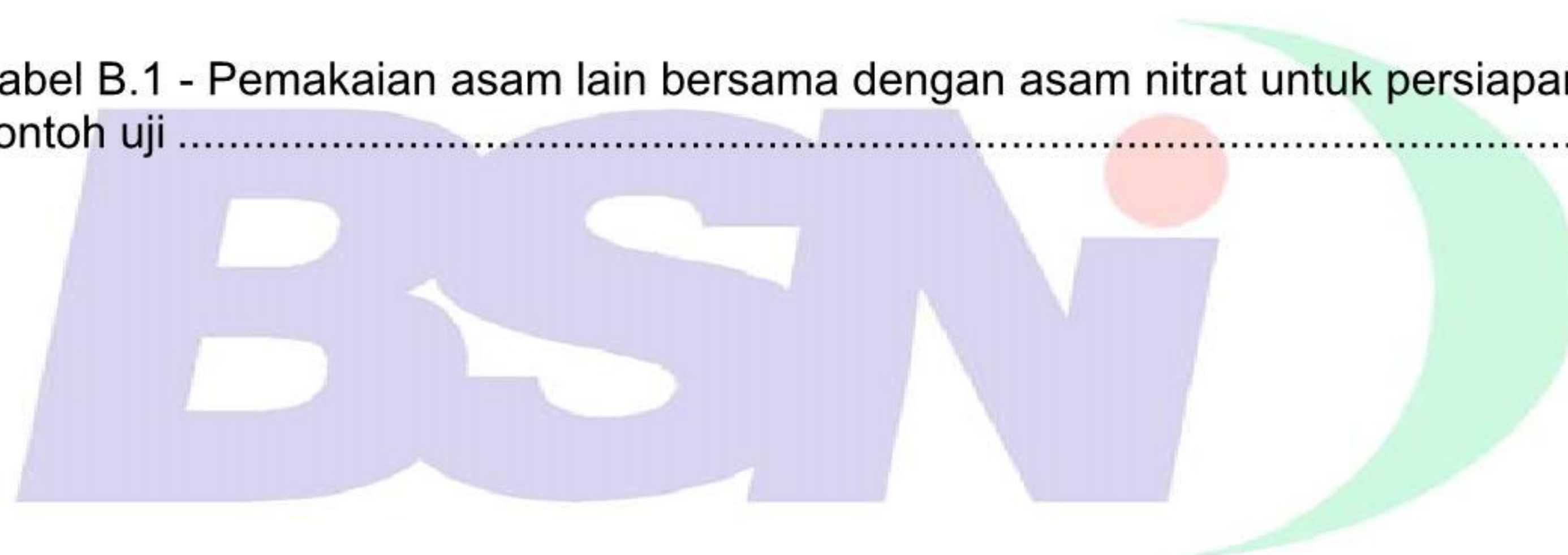
Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	2
4 Pengendalian mutu.....	5
5 Rekomendasi.....	5
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	6
Lampiran B (informatif) Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji.....	7
Bibliografi	8
Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji	7



Prakata

Standar Nasional Indonesia ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-6989.46-2005, *Air dan air limbah – Bagian 46: Cara uji kadar timbal (Pb) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) – secara tungku karbon*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor *L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005)*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para stakeholder terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 11 September 2007 di Serpong dan telah melalui konsensus nasional Jajak Pendapat pada tanggal 11 Juni sampai dengan tanggal 11 Agustus 2008.

Dengan dirumuskannya SNI ini maka penerapan SNI 06-6989.46-2004 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



**Air dan air limbah – Bagian 46: Cara uji timbal (Pb)
secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – tungku karbon**

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan logam timbal (Pb) total dan terlarut dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-tungku karbon pada kisaran kadar 5,0 µg/L sampai dengan 100,0 µg/L dengan panjang gelombang 283,3 nm atau 217,0 nm dilengkapi dengan *background correction*.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1 µS/cm.

2.2

blind sample

larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji.

2.3

kurva kalibrasi

kurva yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus.

2.4

larutan induk logam timbal (Pb)

larutan yang mempunyai kadar logam timbal 100 mg Pb/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah.

2.5

larutan baku logam timbal (Pb)

larutan induk logam timbal yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu.

2.6

larutan kerja logam timbal (Pb)

larutan baku logam timbal yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi.

2.7

larutan blanko

air bebas mineral yang perlakuannya sama dengan contoh uji.

2.8

larutan pengencer

larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air bebas mineral hingga pH ≤ 2.

2.9

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik.

2.10

matrix modifier

bahan yang digunakan untuk mengurangi gangguan matriks contoh uji.

2.11

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu.

2.12

timbang terlarut

timbang dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm .

2.13

timbang total

timbang yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat.

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Analit logam timbal dalam tungku karbon diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

3.2 Bahan

- a) Air bebas mineral;
- b) Asam nitrat (HNO_3) pekat p.a;
- c) Timbal nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$);
- d) Gas argon (Ar) HP dengan tekanan minimum 500 psi;
- e) Larutan pengencer HNO_3 0,05 M;
Larutkan 3,5 mL HNO_3 pekat p.a ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- f) Larutan pencuci HNO_3 5 % (v/v);
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat p.a. ke dalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- g) *Matrix modifier* sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan.

3.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-tungku karbon;
- b) Lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp/HCL*) timbal;
- c) *Graphite tube* atau *pyrolitic tube*;
- d) Gelas piala 100 mL dan 250 mL;
- e) Pipet volumetrik 10,0 mL; dan 50,0 mL;
- f) Labu ukur 50,0 mL; 100,0 mL dan 1000,0 mL;
- g) *Erlenmeyer* 100 mL;
- h) Corong gelas;
- i) Kaca arloji;
- j) Pemanas listrik;
- k) Seperangkat alat saring vakum;
- l) Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ;
- m) Labu semprot;

- n) Mikropipet *atau auto sampler*; dan
- o) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik (<i>polyethylene</i>) atau botol gelas
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga $\text{pH} \leq 2$. b) Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga $\text{pH} \leq 2$
Lama Penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi Penyimpanan	:	Suhu ruang

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji timbal terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji timbal total

Siapkan contoh uji untuk pengujian timbal total, dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL contoh uji ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
- b) Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;
- c) Panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL sampai dengan 20 mL;
- d) Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
- e) Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
- f) Pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
- g) Contoh uji siap diukur absorbansinya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam timbal 100 mg Pb/L

- a) Timbang $\pm 0,16$ g timbal nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$), masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL. Tambahkan 2 mL HNO_3 pekat sampai larut ($\approx 100 \mu\text{g Pb/mL}$);
- b) Tambahkan 10 mL HNO_3 pekat dan air bebas mineral hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan;
- c) Hitung kembali konsentrasi sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Pb/L siap pakai.

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam timbal, 10 mg Pb/L

- Pipet 10 mL larutan induk timbal, 100 mg Pb/L ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tepatan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan baku logam timbal, 1 mg Pb/L

- Pipet 10 mL larutan induk timbal, 10 mg Pb/L ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tepatan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

3.5.6 Pembuatan larutan kerja logam timbal

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

3.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran timbal dan gunakan *background correction*;
- Suntikkan larutan blanko sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, kemudian catat;
- Suntikkan larutan kerja dan *matrix modifier* sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 283,3 nm atau 217,0 nm kemudian catat;
- Ulangi langkah 3.6.1.c) untuk larutan kerja berikutnya;
- Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) dan d), dan tentukan persamaan garis lurusnya;
- Jika koefisien korelasi regresi linier (r) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 b) sampai dengan d) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.6.2 Cara uji

Uji kadar timbal dengan tahapan sebagai berikut:

- Suntikkan contoh uji dan *matrix modifier* sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 283,3 nm atau 217,0 nm. . Bila diperlukan, lakukan pengenceran;
- Catat hasil pengukuran.

3.7 Perhitungan

Kadar logam timbal (Pb)

$$\text{Pb } (\mu\text{g /L}) = C \times \text{fp} \quad (1)$$

Keterangan:

C adalah kadar yang didapat hasil pengukuran ($\mu\text{g/L}$).
fp adalah faktor pengenceran.

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* atau minimal 1 kali untuk contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference/RPD*) sama dengan 30 % maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD

$$\% \text{RPD} = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}) / 2} \right| \times 100 \% \quad (2)$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 batch. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 70 % sampai dengan 130 % dan untuk standar kerja 80 % sampai dengan 120 %.

Persen temu balik (% *recovery*, % R)

$$\% R = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100 \% \quad (3)$$

Keterangan:

- A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (mg/L);
 B adalah kadar contoh uji (mg/L);
 C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/L).

CATATAN 1 Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah diperkaya berada pada kisaran rentang pengukuran.

5 Rekomendasi

- Lakukan analisis *blind sample*.
- Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

Parameter yang dianalisis.

- 1) Nama analisis.
- 2) Tanggal analisis.
- 3) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Rekaman hasil perhitungan.
- 8) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 9) Kadar analit dalam contoh uji.



Lampiran B
(informatif)

Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji

Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji

Asam	Disarankan untuk analisis	Bisa berguna untuk contoh uji	Tidak disarankan untuk analisis
HCl	Ag	Sb, Ru, Sn	Th, Pb
H ₂ SO ₄	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO ₄	-	mengandung bahan organik	-
HF	-	mengandung silika	-



Bibliografi

Standard Methods, the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005, Method 3113B.











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id